



La técnica NIRS: una herramienta confiable para la caracterización de los compuestos químicos del café almendra

Durante las últimas décadas, la técnica de Espectroscopia de Infrarrojo Cercano–NIRS se ha consolidado como un método analítico secundario, óptimo para la determinación de diferentes parámetros de calidad en productos del sector agroalimentario. En café esta técnica se ha utilizado para la determinación de compuestos químicos, la clasificación cualitativa de características físicas como el porcentaje de humedad, calidad sensorial, grados de tueste, identificación de la especie y región, entre otros. Esto permite evidenciar el amplio rango de posibilidades que permite para su implementación en la cadena productiva.

Durante varios años, Cenicafé ha desarrollado un método bajo la técnica NIRS que permite la estimación de los principales compuestos químicos del café verde y así apoyar la investigación y las caracterizaciones regionales del café producido en la zona cafetera de Colombia, con el fin de contribuir en la defensa y posicionamiento de la calidad del café.

Este seminario tiene como objetivo compartir los aspectos relacionados con la técnica, conceptos básicos, resultados relevantes y estado actual del avance de la investigación sobre la técnica NIRS en Cenicafé y sus proyecciones.

El lunes 8 de junio a las 8:00 a.m. podrán consultar a través de las redes sociales de Cenicafé y la página www.cenicafe.org, el enlace al seminario que se transmitirá por YouTube.



SEMINARIO CIENTÍFICO

Lunes 8 de junio
8:30 a.m.



Claudia Rocío Gómez Parra
Tecnóloga Química Industrial
Disciplina de Calidad
Cenicafé





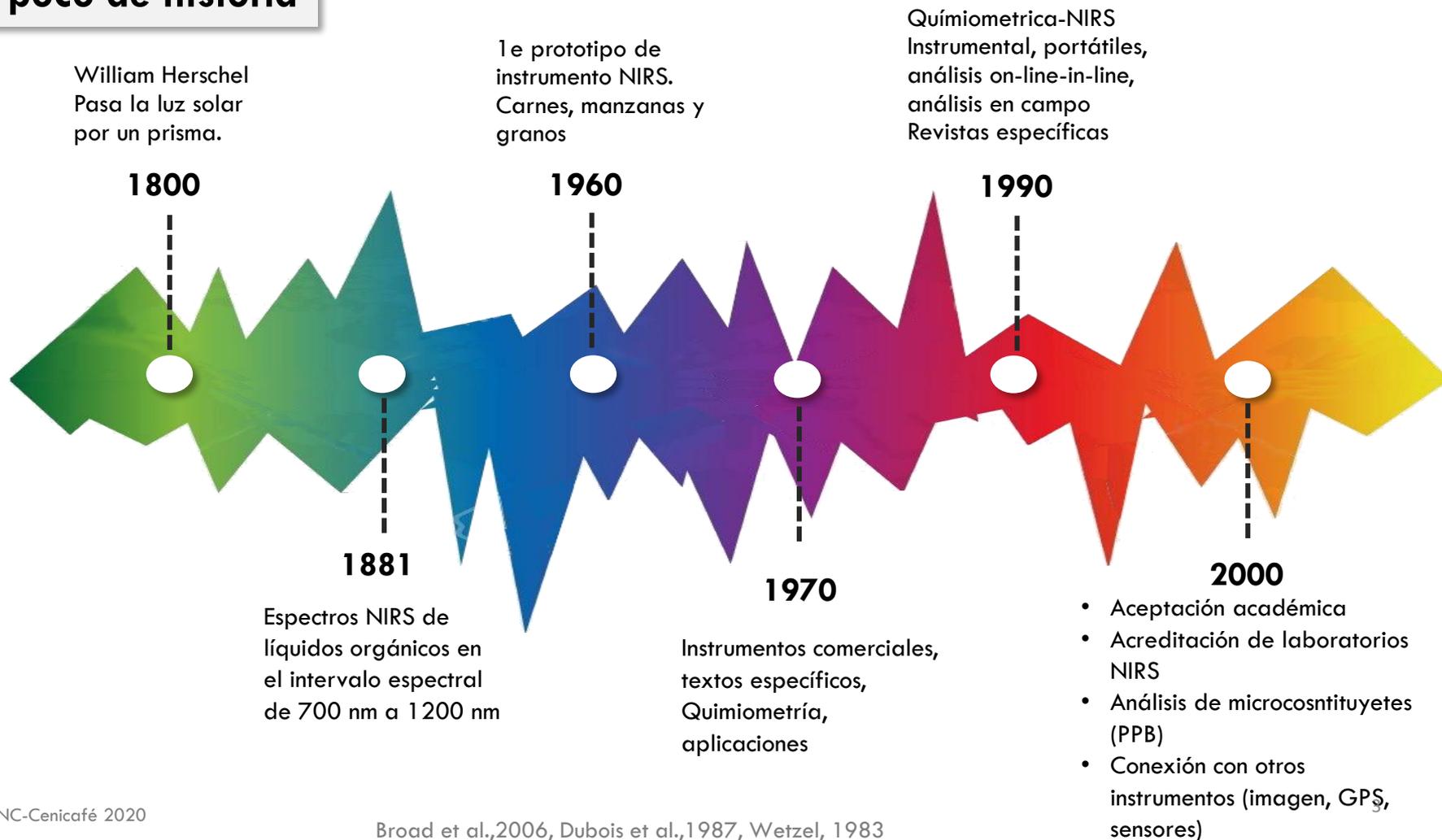
La técnica NIRS: una herramienta confiable para la caracterización de los compuestos químicos del café almendra.

Claudia R. Gómez P.
Disciplina de Calidad



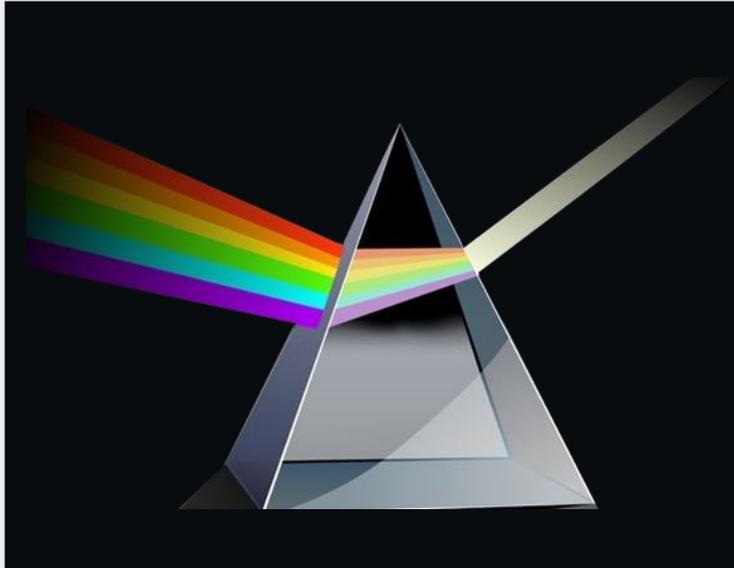
Junio 8 de 2020

Un poco de historia



Espectroscopia de Infrarrojo Cercano - NIRS

“Near Infrared Reflectance Spectroscopy - NIRS”



Espectroscopia:

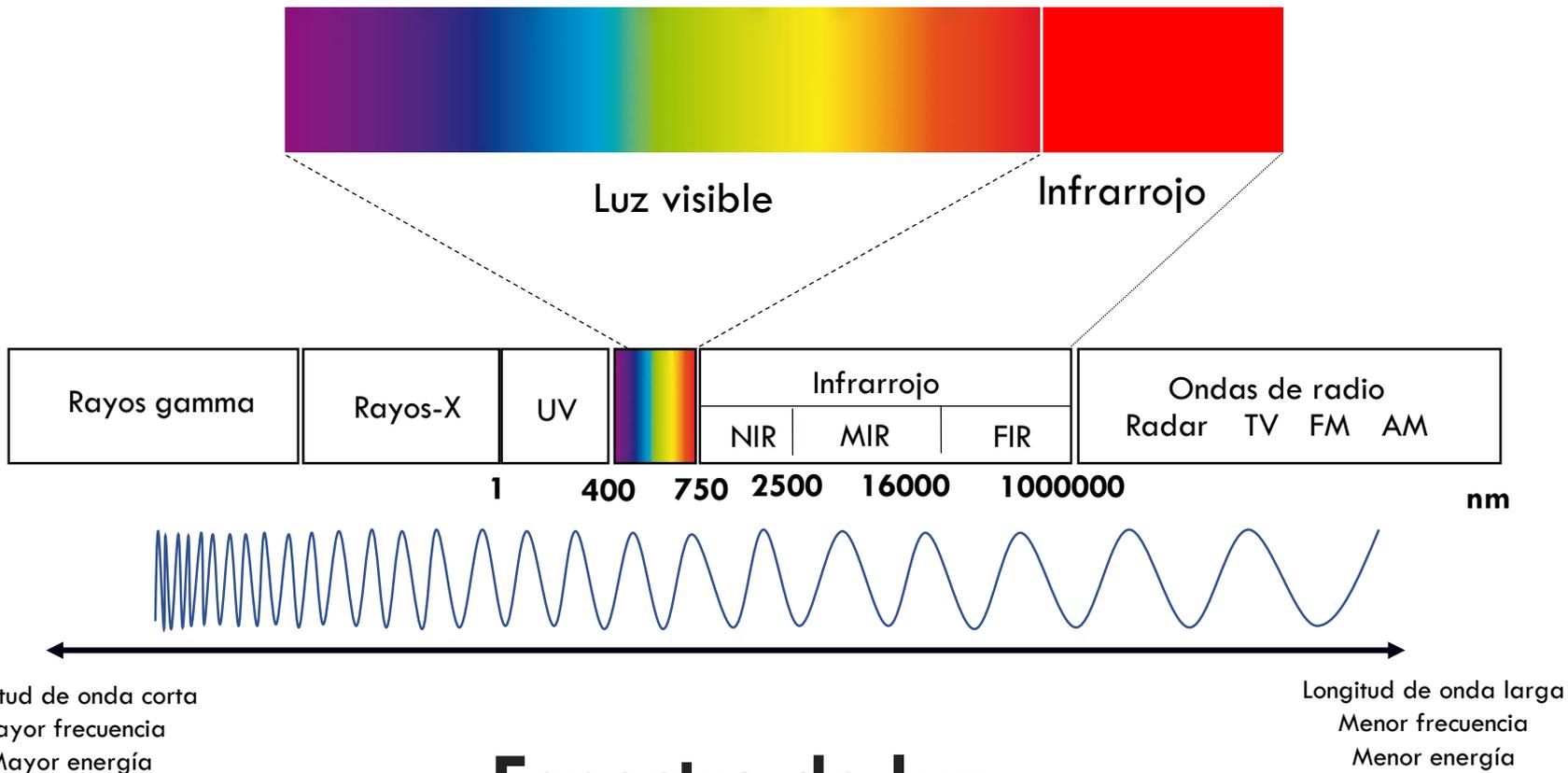
Es una técnica de análisis que estudia la emisión o absorción de radiación electromagnética por parte de la materia (Bertrand & Dufour, 2006).

Reflectancia:

Al irradiar con un haz de luz monocromática los materiales orgánicos absorben una determinada cantidad de energía

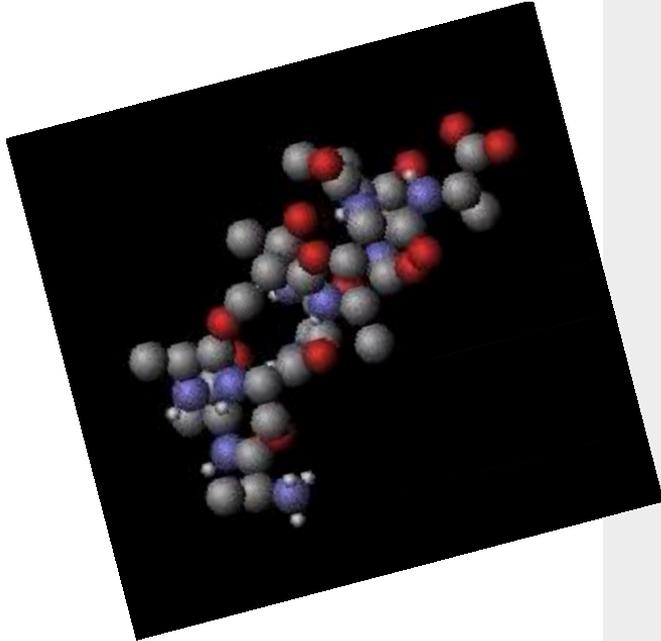
Infrarrojo Cercano:

Es una de las tres zonas del infrarrojo 750 nm - 2500 nm (Región NIR).



Espectro de luz

La reflectancia y las vibraciones moleculares



Para que una molécula absorba radiación IR

Molécula – grupos átomos
Estado basal - menor energía



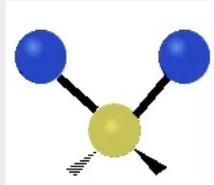
La energía de la
radiación incidente

Vibración molecular

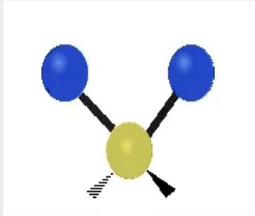
- Vibración que afecta a varios átomos en una molécula.
- Algunas vibraciones moleculares están localizadas en un grupo funcional
- Otras se extienden por toda la molécula.

La reflectancia y las vibraciones moleculares

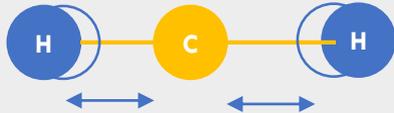
Modo estiramiento



Simétrico



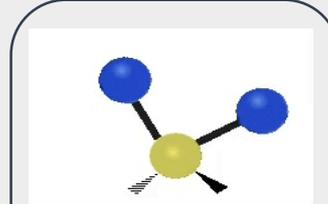
Asimétrico



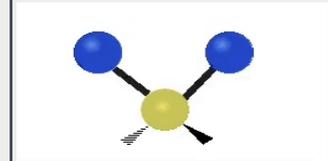
Se produce un cambio a lo **largo del eje del enlace** entre dos átomos

Modo flexión

Flexión plana

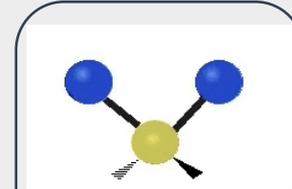


Balaceo

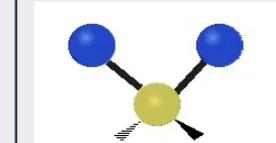


Tijereteo

Flexión fuera del plano



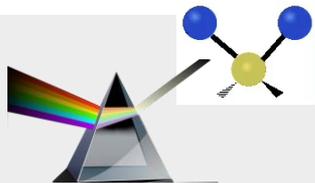
Torsión



Aleteo

Se produce un cambio **en el ángulo de enlaces**

Origen de la absorción en el infrarrojo cercano



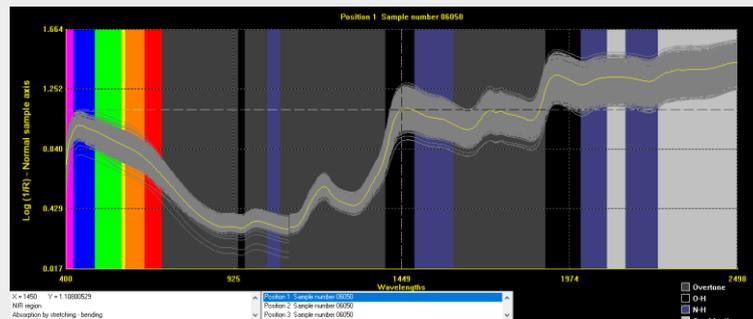
Las bandas y sobretonos de absorción se producen



La radiación NIRS vibra a la misma frecuencia específica (longitudes de onda) que los enlaces moleculares de la muestra analizada

Absorbancia esta directamente relacionada con la concentración del analito. Ley de Labert –Beer.

Los enlaces que presentan una mayor absorción en la región NIRS son C-H, N-H y O-H, debido a la diferencia de peso atómico entre los dos átomos



Ventajas



- Alta velocidad en el análisis
- Baja manipulación de la muestra a analizar
- Química verde, no utiliza reactivos, no genera residuos peligrosos. Amigable con el medio ambiente
- Bajo costo.

Software Químico

Modelos cuantitativos

Relación

- Valores espectrales
- Valores del método de referencia

Modelos cualitativos

Establece las variables que permiten diferenciar a los grupos

La relación matemática desarrollada se denomina ecuación de calibración

Agroindustria



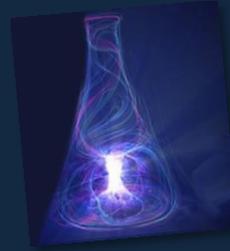
Composición
Proteína, lípidos, humedad,
carbohidratos, SST, humedad, pH.



Materia orgánica, nitrógeno,
fósforo, potasio, calcio, magnesio,
sodio

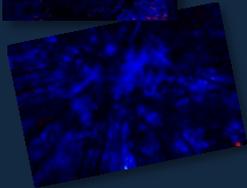
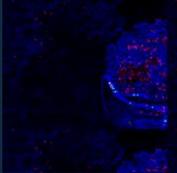
Concentración de las
preparaciones, SST, acidez

Farmacia – Control de preparados



- Concentración de los componentes
- Espesor del recubrimiento
- Impurezas

Forestal



- Madera
- Corcho
- Análisis Foliar
- Análisis de suelos

Origen geográfico de la madera
Clasificación de especies
Factores de rendimiento
Densidad pulpa.

Biomédicas



- Análisis en fluidos biológicos: sangre, plasma, semen
- Análisis de tejidos
- Detección de tumores
- Enfermedades cardiovasculares

Instrumentos NIRS, según la localización



Cadena de valor

On-line

Sobre-línea

Muestreo automático
Análisis en zona de producción

In-situ

En campo-línea de producción

Muestreo manual
Análisis en zona de producción (campo)



Manejo manual
Laboratorio



Manejo manual
Laboratorio



Composición química

- Cafeína
- Trigonelina
- Lípidos totales
- Sacarosa
- Clorogénicos Totales
- Humedad
- Isómeros de ácidos clorogénicos
- **Ocratoxina**



Clasificación

- Con y sin defecto sensorial
- Atributos sensoriales
- Especie robusta y arábica
- Grados de tosti3n
- Origen regional



Adulteraciones

Mezclas café, cebada
Robusta – arábica



Foliar

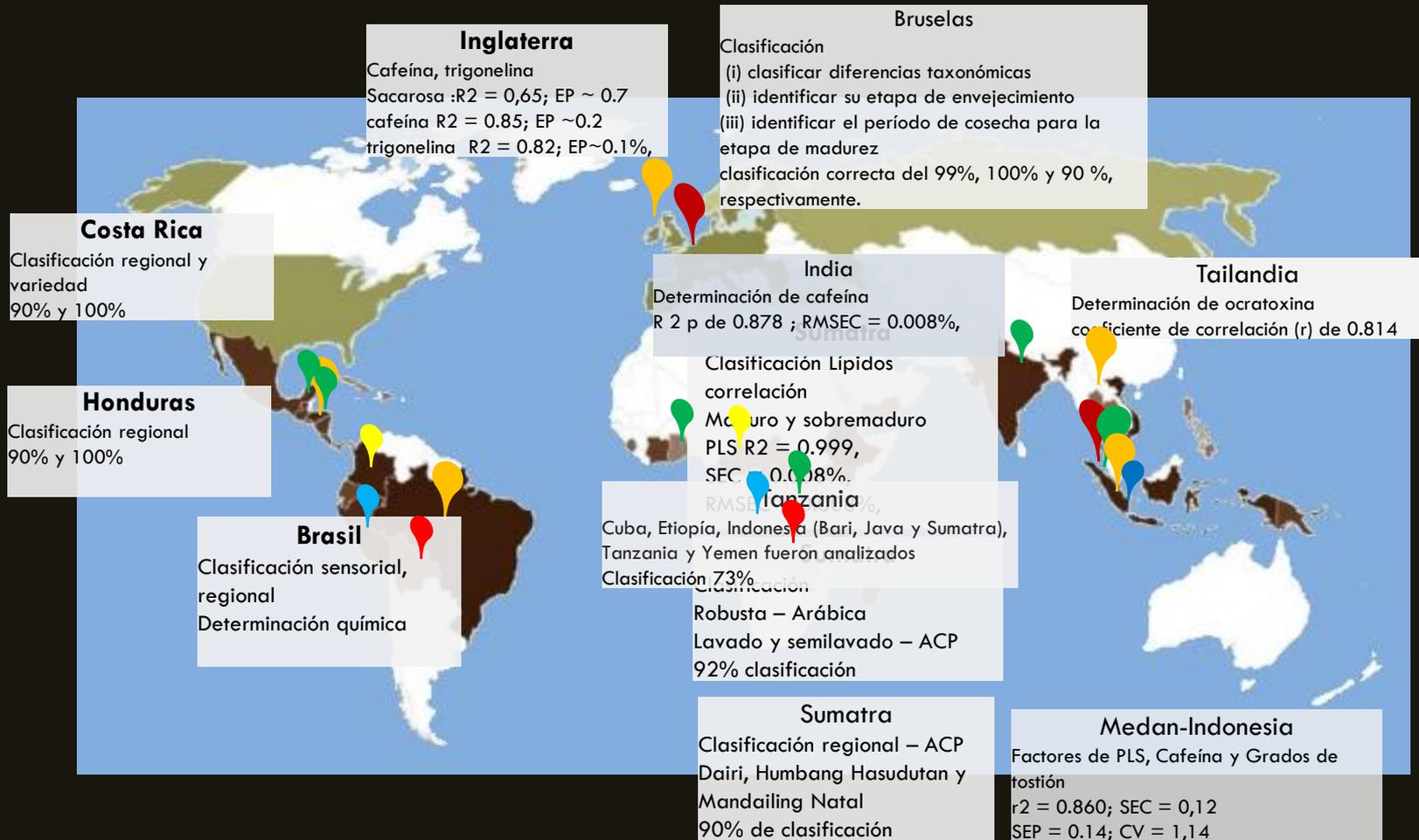
P, K, Mg, Ca, N
Roya

Suelos

M.O, pH, P, K, N, Al



Café



NIRS - Colombia



- Fibra en harina de arroz y grano de arroz
- Forrajes tropicales: proteína y fibra
- Yuca: Banco de germoplasma: Proteína cruda en harina de raíces
- Zonificación de Calidad de Café en la Zona Norte de Nicaragua, para identificar sitios potenciales con indicaciones geográficas y/o denominación de origen
- Suelo: NT, pH, Acidez intercambiable, Al, P, Ca, Mg, K, Na, Cu, Fe, Mn, Zn



Análisis Bromatológico por NIRS

•Tejido vegetal

- Humedad, proteína, Lignina, Proteína Cruda, fibra detergente neutro (FDN), Fibra detergente ácido (FDA) hemicelulosa, celulosa, lignina y sílica

- **Suelos:** Nitrógeno y Fósforo
- Frutas. Contenido compuestos químicos



Desarrollo: En la caña, Sacarosa

Análisis foliar

elementos nitrógeno y el boro

Suelos:

Determinan boro y materia orgánica

Planta producción:

sacarosa en el jugo



Análisis foliar
elementos nitrógeno, sanidad vegetal

La Planta: Proteína, fibra, humedad

Suelos:

materia orgánica

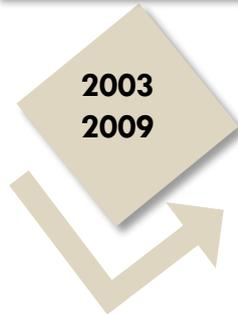
Industria alimentos 68 Equipos NIRS
Universidades 6 equipos

NIRS - Colombia

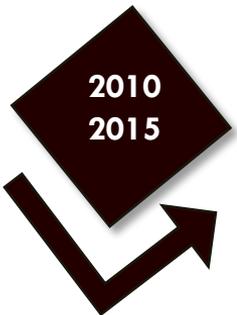
Cenicafé
Determinación del contenido de los compuestos químicos Colombia, Caturra, Borbón y típica.



Cenicafé – IRD
Composición química del café verde como factor discriminante entre genotipos y localidades
Disciplina de Mejoramiento Genético



Identificación de origen
Departamentos de Nariño, Cauca, Huila, Santander, Tolima y Sierra Nevada



Caracterización química
Departamentos de Caldas y Huila





Alineados con Plan Estratégico de la FNC

- Eje económico

- Vector: Precio

- Segmento: Café Especiales



CAL 104010

Validar la ecuación desarrollada para 13 compuestos químicos



CAL 104011

Café Tostado

- Modelo matemático para determinar 13 compuestos químicos
- Modelo Matemático para clasificación por grados de tostión

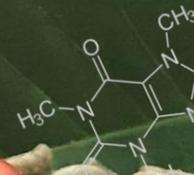
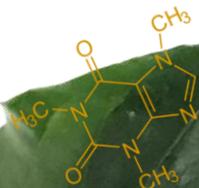


CAL 104012

Clasificación del origen regional del café.

- Antioquia
- Caldas
- Cauca
- Cesar
- Huila
- Nariño
- Magdalena
- Santander
- Sierra Nevada
- Tolima

Calidad



Alcaloides Cafeína, Trigonelina

Amargo de la bebida



Azúcares Sacarosa, Glucosa Fructosa

Aportan dulzor y
sabor al café



Ácidos Clorogénicos

• Sabor, amargo,
cuerpo y astringencia



Fracción lipídica Ácidos grasos, Tocoferoles

- Transporte de aromas y sabores
- Cuerpo de la bebida
- Transporte de vitaminas liposolubles (protegen al grano de la oxidación)

Compuestos volátiles

- Más de 900 compuestos volátiles formados durante la tostación.
- Responsables del aroma del café.

Ácidos orgánicos

- Se asocian con la acidez de la bebida
- Contribuyen a un mejor sabor y aroma
- Más abundantes: cítrico y málico

**Fase 1.
Análisis de la
información histórica**



Caracterización Química a las variedades Castillo, Cenicafé 1 y Tabí producidas en tres zonas cafeteras Cauca, Sierra Nevada y Caldas, evaluadas en 2 cosechas principal y mitaca. 2017 – 2019. Total 70 muestras.

- Lípidos totales
- Ácidos grasos (Palmitico, esteárico, linoleico y oléico)
- Cafeína

Análisis de referencia de los compuestos químicos.

Predicciones (Espectros) de las muestras - NIRS

Metodos internacionales

- Ácidos clorogénicos (3COA, 4COA y 5COA)

Luz Fanny Echeverri. Disciplina de Calidad
Aristóteles Análisis estadístico de la información

**Fase 2.
Validación**

Metodología





Resultado de la
predicción NIRS

Resultado del análisis
química analítica

Comparación

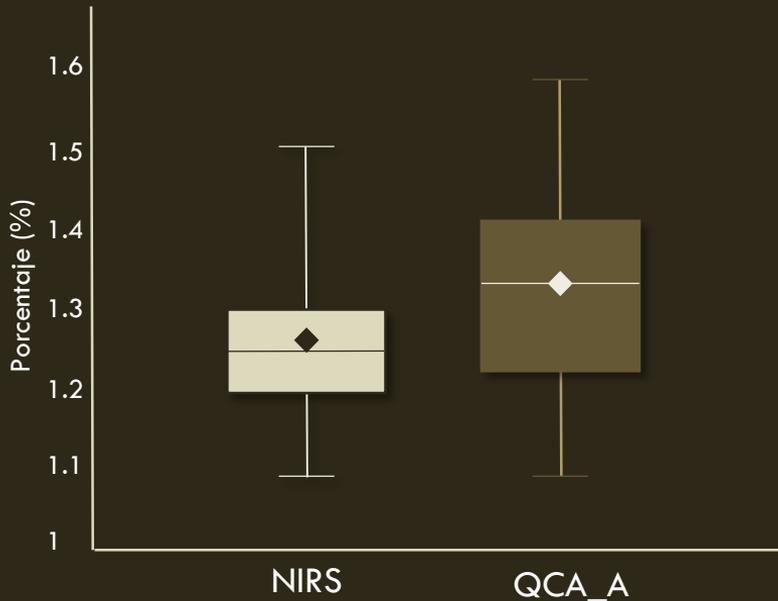
Correlación de Pearson

Diagramas de caja

Análisis de Blan Altman

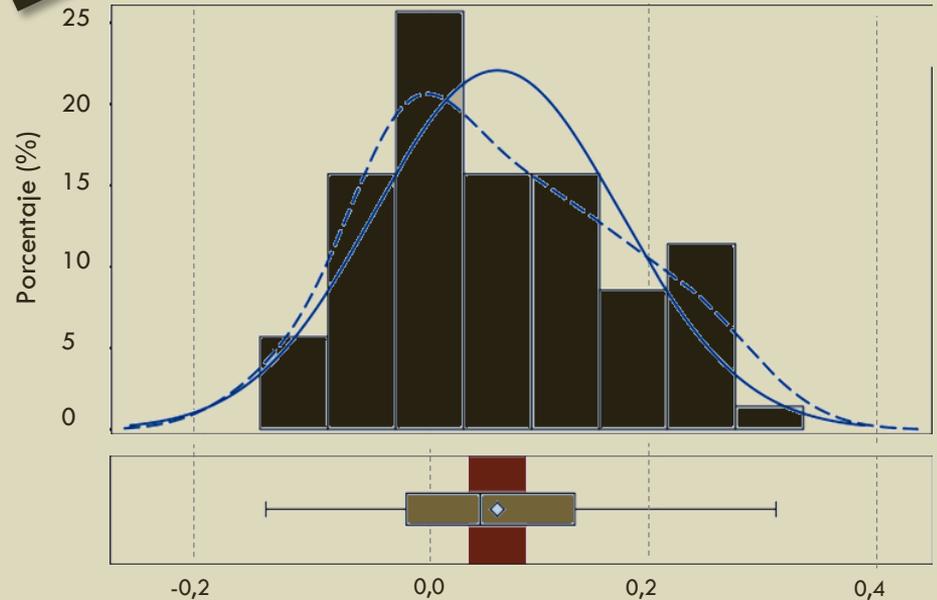
• Diagramas de caja

Cafeína



• Distribución de las diferencias

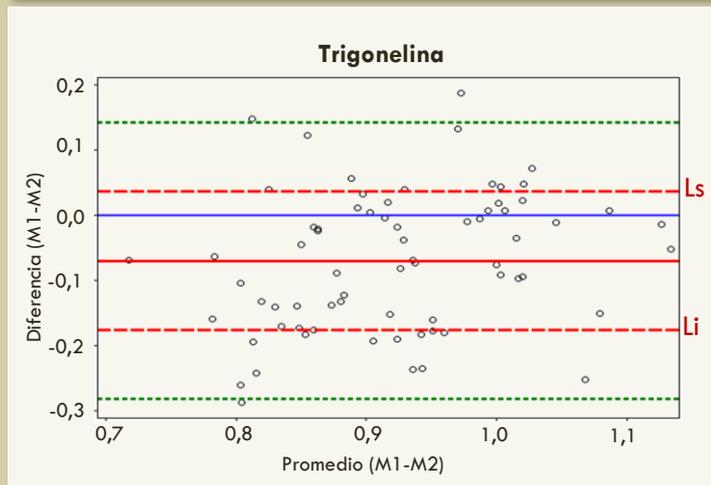
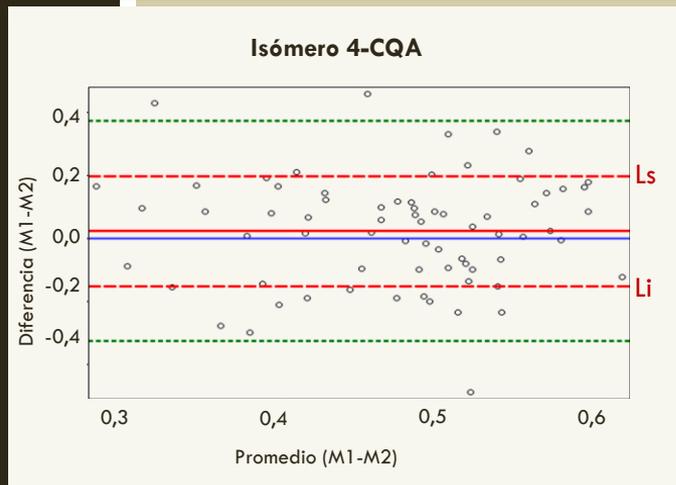
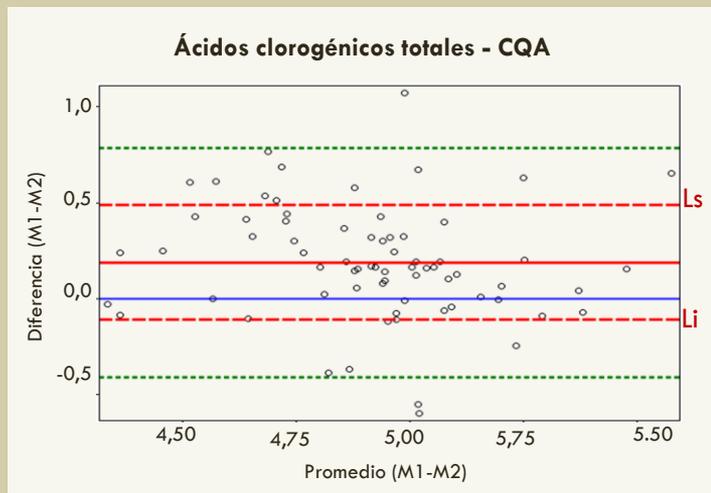
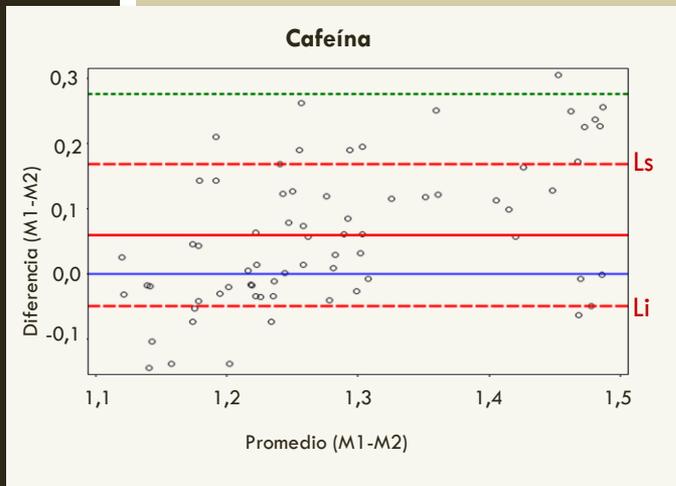
Predicción NIRS y resultado QCA_A
95% intervalo de confianza de la media



Las variables, cafeína, ácidos clorogénicos totales - CQA, ácido esteárico, linoleico, lípidos totales y trigonelina

• Análisis de Bland Altman

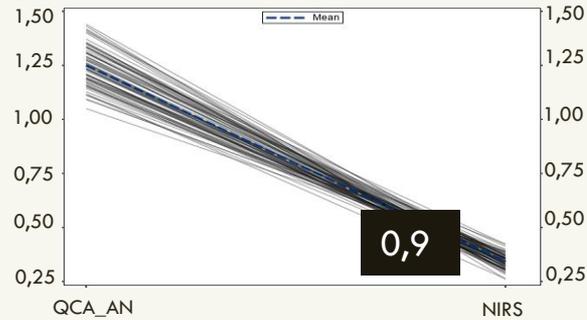
- Comparar dos métodos, sobre una misma variable
- Cuantifica la diferencia media entre los dos métodos
- Evaluar la reproducibilidad de un método



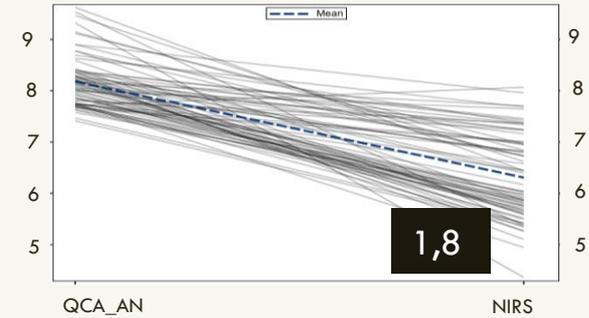
• Correlación de Pearson

- Comparar dos métodos, sobre una misma variable
- Cuantifica la diferencia media entre los dos métodos
- Evaluar la reproducibilidad de un método

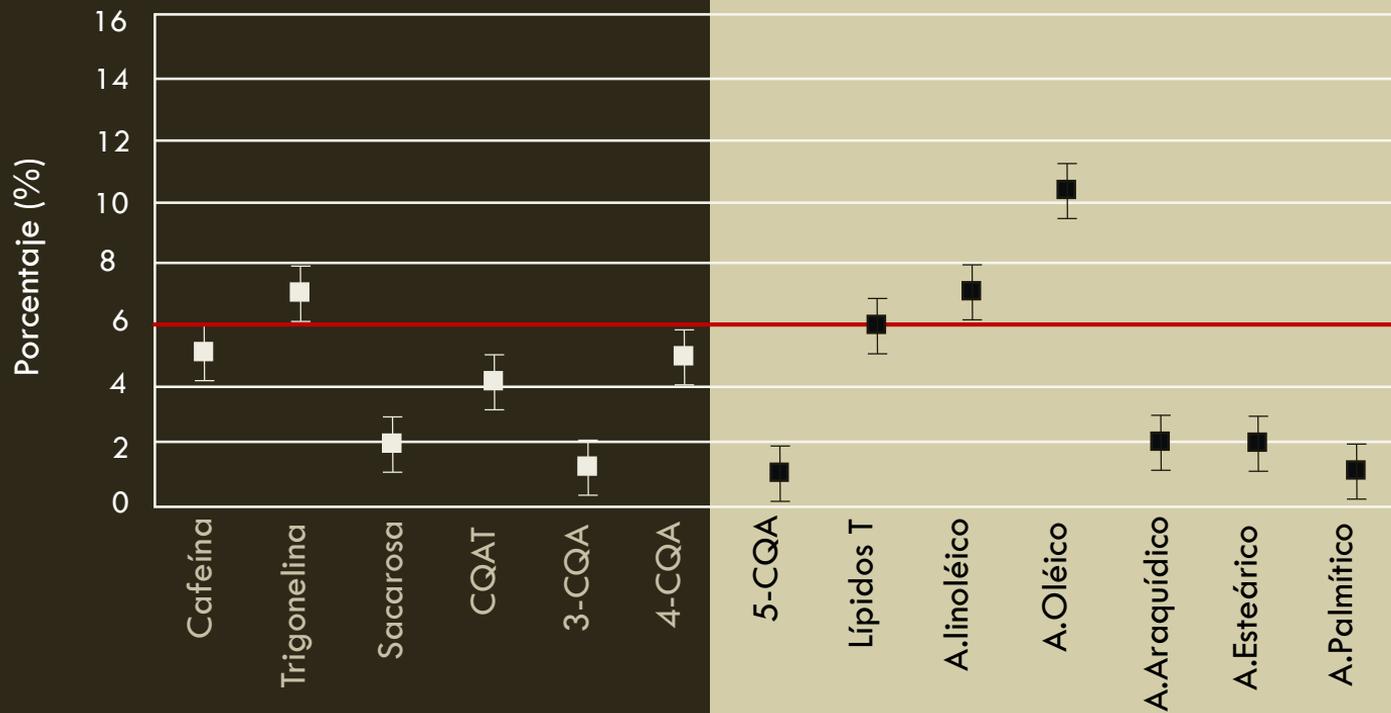
Isómero 3-CQA



Sacarosa



Error relativo de predicción (%)



Estandarización de la predicción de compuestos químicos de café verde molido a grano entero



Software Winlsi

Molidas
Nirs System



Grano entero
NIRS XDS



Estandarización de la predicción de compuestos químicos de café verde molido a grano entero



Análisis estadísticos

120 muestras



Predicción café verde molido

Predicción en grano entero

Comparación

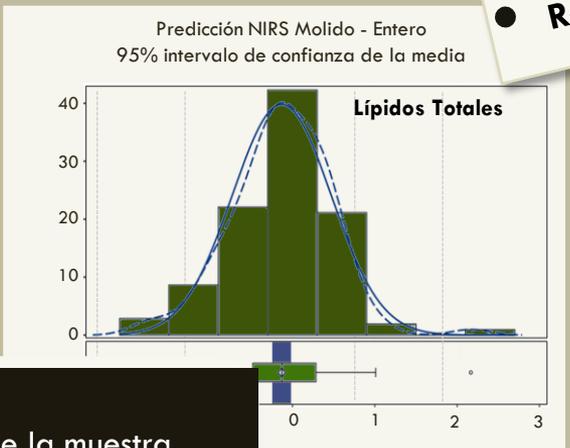
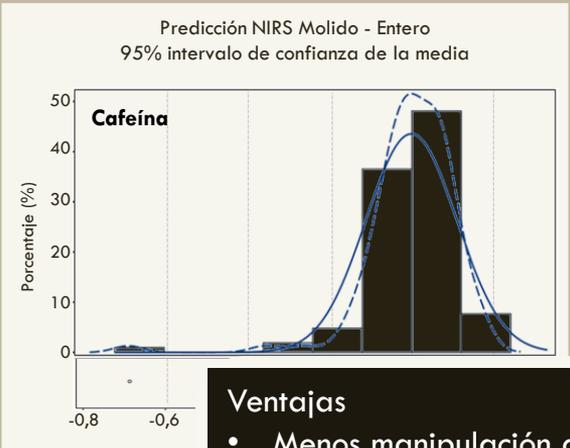
Correlación de Pearson

Diagramas de caja

Análisis de Blan Altman

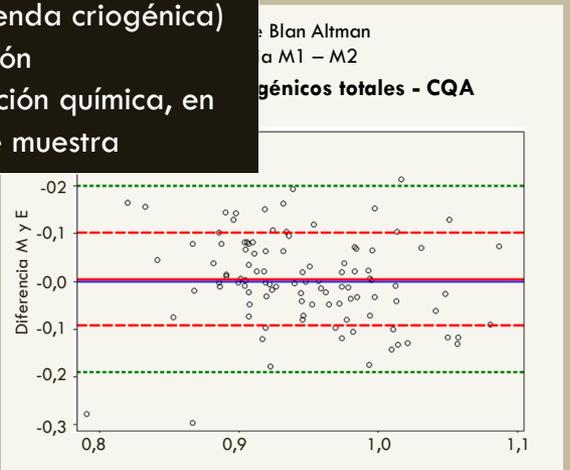
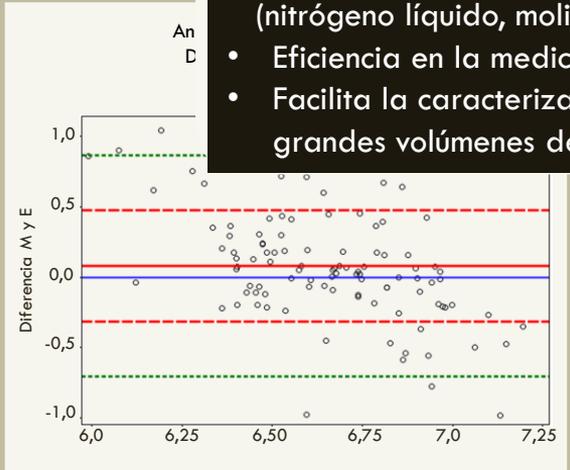
● **Resultados validación**

- Con un $P > 0,05$



Ventajas

- Menos manipulación de la muestra (nitrógeno líquido, molienda criogénica)
- Eficiencia en la medición
- Facilita la caracterización química, en grandes volúmenes de muestra



Compuesto químico	PR> t
Cafeína	0,94
Trigonelina	0,61
Lípidos totales	0,05
Sacarosa	0,05
Isomero 3-CQA	0,05
Isomero 4-CQA	0,45
Isomero 5-CQA	0,45
Ácido araquídico	0,27
Ácido esteárico	0,10
Ácido linoléico	0,09
Ácido oleico	0,66
Ácido palmítico	0,5

- No presentaron diferencias significativas entre las mediciones en café verde molido (NIRS_System) y café verde entero (NIRS_XDS)
- El intervalo de confianza del 95% del promedio incluye el cero como valor plausible.

Consideraciones finales



Los resultados indican la confiabilidad de las determinaciones de los compuestos químicos a través de la técnica NIRS

Permite obtener información de las características químicas del café de Colombia, debido a que es una técnica reproducible, verificable, confiable, económica y de bajo impacto ambiental.

En un solo análisis permite tener la información de 13 compuestos químicos, importantes por su efecto en la calidad sensorial del café.



Proyecciones



- Proceso de Investigación científica
- Caracterizaciones regionales
- Predicción de origen regional

- Determinación de compuestos químicos Tostado
- Clasificación grados de tuestión
- Clasificación por defectos en café verde

Agradecimientos

Gerencia Técnica
Dirección de Cenicafé
Disciplina de Calidad
Disciplina Fisiología
Disciplina Biometría
Unidad Administrativa
Personal de apoyo



Comités Departamentales de Cafeteros

- Siregar, S. D., Rindang, A., & Ayu, P. C. (2020). Principle Component Analysis (PCA)-Classification of Arabica green bean coffee of North Sumatera Using FT—NIRS. *E&ES*, 454(1), 012046.
- Haq, M. U. (2019). Evaluasi Cita Rasa Seduhan Kopi Berbasis Near Infrared Spectroscopy (NIRS) sebagai Alternatif Cupping Test.
- Yuwita, F., & Makky, M. (2019, September). Non-destructive Evaluation of Fat Content of Coffee Beans Solok Radjo Using Near Infrared Spectroscopy. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 327, No. 1, p. 012005). IOP Publishing.
- Pereira, L. F. P., Sant'ana, G. C., Ferreira, R. V., Silva, B. S., Nogueira, L. M., Padilha, L., ... & Guyot, R. (2019). Genome-wide association study identify SNPs and genomic regions for lipids and diterpenes contents in *Coffea arabica* related to its domestication. *ASIC*.
- Mees, C., Souard, F., Delporte, C., Deconinck, E., Stoffelen, P., Stévigny, C., ... & De Braekeleer, K. (2019). Identification of coffee leaves using FT-NIR spectroscopy and SIMCA. *Talanta*, 177, 4-11.
- Magalhães, L. M., Machado, S., Segundo, M. A., Lopes, J. A., & Páscoa, R. N. (2019). Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy. *Talanta*, 147, 460-467.
- Mees, C., Souard, F., Delporte, C., Deconinck, E., Stoffelen, P., Stévigny, C., ... & De Braekeleer, K. (2019). Identification of coffee leaves using FT-NIR spectroscopy and SIMCA. *Talanta*, 177, 4-11.
- Okubo, N., & Kurata, Y. (2019). Nondestructive classification analysis of green coffee beans by using Near-Infrared spectroscopy. *Foods*, 8(2), 82.
- Santos, J. R., Viegas, O., Páscoa, R. N., Ferreira, I. M., Rangel, A. O., & Lopes, J. A. (2018). In-line monitoring of the coffee roasting process with near infrared spectroscopy: Measurement of sucrose and colour. *Food chemistry*, 208, 103-110.
- Caporaso, N., Whitworth, M. B., Grebby, S., & Fisk, I. D. (2018). Non-destructive analysis of sucrose, caffeine and trigonelline on single green coffee beans by hyperspectral imaging. *Food Research International*, 106, 193-203.
- Zhang, C., Jiang, H., Liu, F., & He, Y. (2017). Application of near-infrared hyperspectral imaging with variable selection methods to determine and visualize caffeine content of coffee beans. *Food and bioprocess technology*, 10(1), 213-221.

claudiar.gomez@cafedecolombia.com



www.Cenicafe.org



Agroclima.Cenicafe.org



@Cenicafe



Cenicafe